

文章编号:1000-8055(2013)08-1777-07

热障涂层喷涂质量微焦点 CT 检测

敖 波¹, 王 婵², 邓翠贞¹, 邬冠华¹

- (1. 南昌航空大学 测试与光电工程学院 无损检测技术教育部重点实验室, 南昌 330063;
2. 西安航空动力股份有限公司, 西安 710021)

摘 要: 采用微焦点 X 射线源对热障涂层样品进行了高分辨率 X 射线成像研究, 采用多尺度对比度增强算法提高了热障涂层与基体之间的对比度. X 射线图像显示热障涂层各处厚度差异较大, 热障涂层内部可能存在大量孔隙. 通过微焦点计算机层析成像(CT)对样品进行了高分辨率 CT 扫描与重建, 得到了样品的 CT 重建图像. 从热障涂层 CT 图像观察到热障涂层内部存在大量孔隙, 且不同层孔隙尺寸、数量不同. 结合 3 个坐标方向的切片图像分析了热障涂层深度方向的热障涂层厚度, 得到了热障涂层厚度的二维分布, 测量得到热障涂层平均厚度约为 40 μm . 对沿热障涂层深度方向 850~1131 层切片图像, 利用可视化软件 VGstudio MAX 得到了热障涂层内部孔隙三维分布. 研究结果表明: 微焦点 CT 可用于热障涂层制备工艺质量检测.

关 键 词: 热障涂层; 微焦点计算机层析成像 (CT); 厚度; 致密性; 可视化

中图分类号: V21; TB35

文献标志码: A

Spraying quality inspection of thermal barrier coating by micro-computed tomography

AO Bo¹, WANG Chan², DENG Cui-zhen¹, WU Guan-hua¹

- (1. Key Laboratory of Nondestructive Testing (Ministry of Education),
School of Measuring and Optical Engineering,
Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China;
2. Xi'an Aero-Engine Public Limited Company, Xi'an 710021, China)

Abstract: Specimen of thermal barrier coating (TBC) was inspected by high resolution X-ray imaging with a microfocus X-ray source, while multiscale contrast enhancement for X-ray image was performed, and the contrast between the coating and substrate was improved. X-ray images show that thickness of TBC is different in different positions, and many voids may exist in the interior of TBC. The specimen of TBC was scanned and reconstructed by high resolution microfocus X-ray computed tomography (CT), and slice images in different cross sections were obtained. CT images show that voids exist in TBC, and the size and quantity of voids are different in different cross sections. Combined with slice image analysis from three coordinate directions, thickness of TBC along depth direction was analyzed, and two-dimensional distribution of TBC thickness was achieved. Average thickness of TBC is approximately 40 μm . The slice images from slice 850 to slice 1131 along depth direction were visualized by the software of VGstudio MAX, and 3-D distribution of voids was displayed. Research results show that micro-computed tomography can be used to inspect the

收稿日期: 2012-08-04

网络出版地址: http://www.cnki.net/kcms/detail/11.2297.V.20130802.1224.201308.1777_014.html

基金项目: 国家自然科学基金(61261031); 江西省测试技术与控制工程研究中心资助项目(ZX200928001)

作者简介: 敖波(1979—), 男, 江西萍乡人, 副教授, 博士, 主要从事射线 CT 应用研究.

quality of thermal barrier coating.

Key words: thermal barrier coating; micro-computed tomography; thickness; compactness; visualization

热障涂层对于基底材料起到隔热作用,降低金属基底温度,使得发动机涡轮叶片能在更高温度下运行.据资料介绍^[1],通过使用热障涂层技术,可使涡轮叶片基体温度降低 $100\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$,寿命延长 $3\sim 5$ 倍.研究发现:热障涂层的喷涂质量对隔热效果具有重要的影响,而热障涂层的喷涂质量取决于热障涂层的致密性、厚度均匀性、微观结构(气孔、微裂纹)等因素,因此必须对热障涂层的质量进行检测.

已有的热障涂层质量检测方法有微观检测、超声检测、红外热成像法、涡流检测和 X 射线检测等.微观检测^[2]可获取热障涂层的厚度、微观结构和成分等信息,但属于破坏性分析方法,且费时费力.超声检测法利用声传播特性与热障涂层组织结构的关系,对热障涂层质量进行判断.20 世纪 70 年代美国的 Haines 提出声压反射系数频谱分析法用于测量热障涂层厚度,实现了对 $185\text{ }\mu\text{m}$ 的环氧树脂层和 $650\text{ }\mu\text{m}$ 的钢表面热障涂层两种厚度的测量.我国大连理工大学系统研究了声压反射系数用于表征热障涂层的密度和厚度^[3-4].近年来,激光超声^[5]和超声显微镜等新技术也不断引入热障涂层质量检测中.超声检测技术受工件形状影响明显,对规则工件检测效果较好,对探头频率要求很高.红外热成像检测技术可用于热障涂层缺陷检测^[6],但缺陷的定性、定量困难.涡流检测可以评估热障涂层与基体分层的危害程度,可以测量热障涂层的厚度,但需采用校准试样进行校准^[7].另一种可以用于热障涂层质量检测的技术是计算机层析成像(computed tomography, CT),常规工业 CT 由于空间、密度分辨率有限,限制了对材料微结构的检测,而高分辨率 CT 是一种较好的热障涂层质量分析技术,包括微焦点 CT、同步辐射 CT 以及最新的纳米 CT.20 世纪 90 年代,Spanne 等^[8-9]采用同步辐射 CT 设备研究热喷涂热障涂层的缺陷检测,同步辐射 CT 可以提供 $2\text{ }\mu\text{m}$ 的细节识别能力,可对热障涂层中的裂纹和孔隙进行检测.Ramesh 等在 2005 年申请的专利中提及了构建 CT 成像系统对热障涂层内部的微结构进行检测的设想^[10].Sun 利用美国先进光子源(advanced photon source)的同步辐射光源对陶瓷热障涂层样品进行层析成像^[11],射线

能量为 32 keV ,识别出了 $22\text{ }\mu\text{m}$ 的热障涂层厚度.针对热障涂层,Maurel 等采用同步辐射光源研究了薄板状热障涂层样品的层析成像方法^[12],但由于同步辐射光源仅限于少数研究所才有,难以推广使用,而对涡轮叶片热障涂层的质量检测工艺,西方发达国家往往采取技术封锁.

在国内,冯炎建等利用显微 CT 设备分析了 C/SiC 表面 SiC 热障涂层氧化的厚度^[13].随着高分辨率 CT 技术的发展^[14],菲尼克斯公司率先推出了纳米 CT 系统,其细节分辨能力可达到 $0.2\sim 0.3\text{ }\mu\text{m}$.通过使用高分辨率 CT(微焦点 CT、纳米 CT)可以对热障涂层的厚度、均匀性、孔隙及各层间界面等情况进行分析.为了得到更好的测试效果,高分辨率 CT 测试样品尺寸往往为毫米级,因此高分辨率 CT 可以用于热障涂层制备工艺研究中.

1 实验

实验样品来源于某型叶片(含热障涂层),基体主要成分为合金(钛、镍、铁等)材料,热障涂层主要成分为镍基材料和 Al_2O_3 等.考虑到高分辨率 CT 实验的特点,采用线切割方法从原实验样品上切取了小样品($0.8\text{ mm}\times 1.1\text{ mm}\times 40\text{ mm}$),样品中热障涂层位置如图 1 所示,由于样品尺寸较小,为了防止热障涂层剥落,未对线切割面进行打磨和抛光.

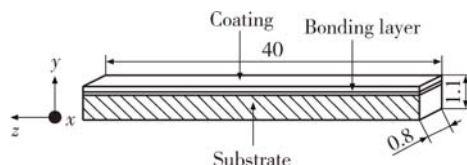


图 1 热障涂层位置示意图(单位:mm)

Fig.1 Schematic diagram of TBC (unit:mm)

为了对样品表面热障涂层的微观结构和形貌特征进行观察,采用扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)和场发射扫描电子显微镜进行微观实验,实验设备分别为日立 SU1510 扫描电子显微镜和美国 FEI 公司的 Nova Nano SEM450 场发射扫描电子显微镜.通过 SEM 可观察出两种材料明显的形貌差异和两种

材料的界限,通过测量界限宽度就可知材料的厚度,利用这一特性可对基体表面的热障涂层厚度进行测量.

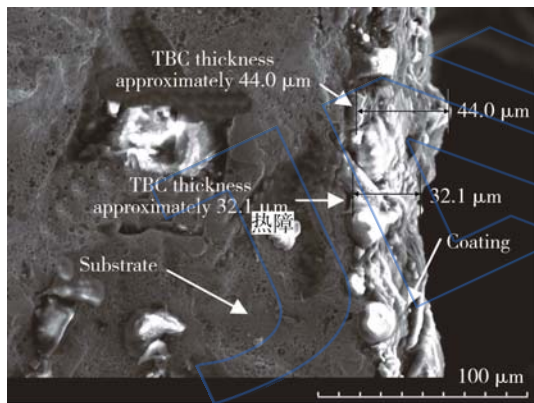
2 结果与讨论

2.1 微观结构分析

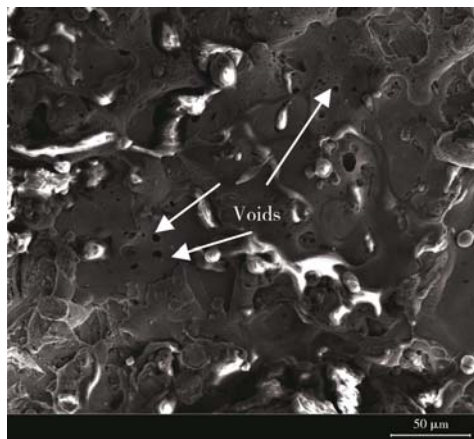
将样品进行 SEM 观察,由于热障涂层和基体材料不同,扫描成像后基体和热障涂层有清晰的界限.图 2(a)为样品表面(基体+热障涂层) SEM 分析结果,可以看出图中偏亮部分为热障涂层,测量得到热障涂层较厚处为 $44\text{ }\mu\text{m}$,另一较薄处厚度为 $32.1\text{ }\mu\text{m}$.图 2(b)为热障涂层表面的场发射扫描电子显微镜分析结果,热障涂层表面存在较多孔隙.在不损坏样品的条件下,只能获取样品表面信息,而热障涂层在各个部位的厚度都存在差异.

2.2 热障涂层高分辨率 X 射线成像分析

CT 重建前需要获取多个不同角度下的投影



(a) 基体与热障涂层表面SEM分析



(b) 热障涂层表面场发射扫描电子显微镜分析

图 2 热障涂层微观结构分析

Fig. 2 Microstructure analysis of TBC

图像,为此,可对微观形貌观察后的热障涂层样品进行 X 射线二维成像分析.实验设备来源于中国工程物理研究院应用电子学研究所,射线源采用 FXE-225 球管(提供纳米焦点和微焦点两种模式),探测器为 XRD 1621 CN3-ES,闪烁屏为 DRZ 标准屏(硫氧化钆转换屏, $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{:Tb}$),探测器单元大小为 $200\text{ }\mu\text{m}$,模拟-数字(A/D)转换位数为 16 位.实验参数如下:

- 1) 源到工件的距离 7 mm ;
- 2) 源到探测器的距离 1255 mm ;
- 3) 管电压 100 kV ;
- 4) 管电流 $38\text{ }\mu\text{A}$;
- 5) 焦点尺寸 $4.5\text{ }\mu\text{m}$;
- 6) 图像矩阵大小 2048×2048 ;
- 7) 投影成像方向 沿 x 轴方向.

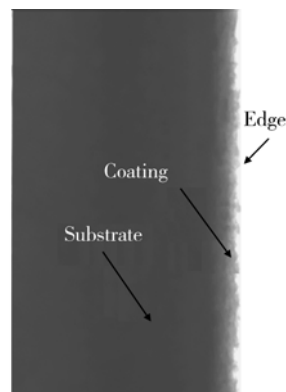
得到投影图像结果如图 3(a)所示.焦点尺寸相对源到工件的距离几乎可以忽略不计,因此,成像放大比约为 180 倍.

由于热障涂层与基体材料不同,从图 3(a)中 edge 指向的边缘可以看出热障涂层表面厚度不均匀.

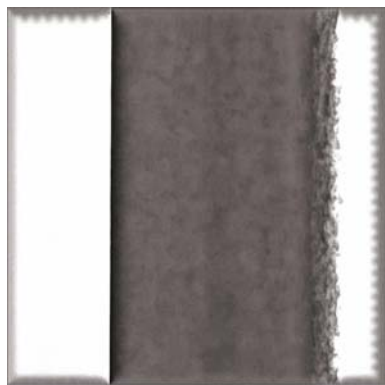
由于热障涂层与基体在投影图像上的对比度较低,人眼分辨能力下降.为此采用多尺度对比度增强算法^[15]对图 3(a)中图像进行多尺度图像对比度增强.

多尺度图像对比度增强的原理是先提取细节信息,然后对细节信号进行增强放大,然后再重构到原图像中.

多尺度图像对比度增强后的结果如图 3(b)所示,增强了热障涂层与基体之间的对比度.从图 3(b)中可以看出,由于热障涂层区域的灰度不均匀,表现为坑坑洼洼,出现这种情形的原因可能与热障涂层深度方向存在较多孔隙有关.因此,需要对热障涂层区域进行层析成像分析.



(a) 样品沿x轴向X射线检测



(b) 多尺度对比度增强

图3 高分辨率X射线成像与对比度增强

Fig. 3 High resolution X-ray imaging and contrast enhancement

从图3可以看出,采用微焦点或纳米焦点的高分辨率二维成像方法可以用于分析热障涂层的质量,但获得的信息有限,且深度方向的信息难以获取。

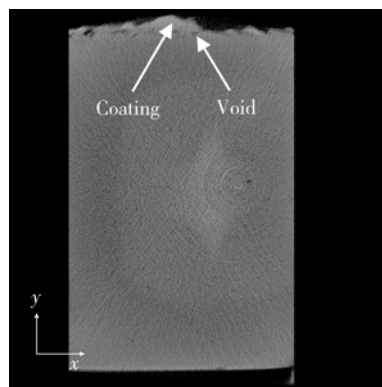
2.3 热障涂层高分辨率CT分析

采用微焦点CT(设备组成见2.2节实验部分,工作模式为微焦点模式),对热障涂层样品进行微焦点CT扫描与重建实验。微焦点CT实验参数如下:

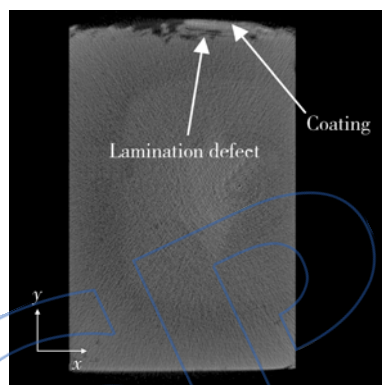
- 1) 源到工件的距离 7 mm;
- 2) 源到探测器的距离 1 255 mm;
- 3) CT扫描时管电压 100 kV;
- 4) CT扫描时管电流 38 μ A;
- 5) 射线源焦点尺寸 4.5 μ m;
- 6) CT图像矩阵大小 2 030 $\times$ 2 030,校准后的像素大小约为 1 μ m;
- 7) CT扫描时投影数量 1 000 幅;
- 8) 重建方向 z 轴方向(平行 xy 平面)。

按以上参数共重建了551层CT图像,由于高分辨率CT重建受噪声影响较大,对原始重建结果进行预处理、归一化后部分重建结果见图4(裁剪背景区域后图像大小为1200 $\times$ 1200),箭头指示区域为热障涂层,热障涂层内部存在孔隙,图4(b)中箭头所指缺陷可能为热障涂层之间的分层缺陷。另外,通过 z 轴方向551层CT图像可以重组出 x 轴方向、 y 轴方向的CT图像, x 轴方向、 y 轴方向的CT图像大小为1200 $\times$ 551,分别有1200层CT图像。因此,可以从多个方向对热障涂层质量进行分析。

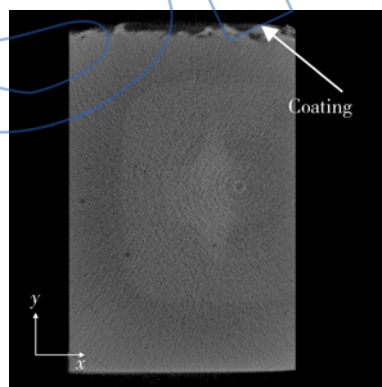
从图4可以看出,不同位置的热障涂层厚度不均匀,且热障涂层内部含有较多孔隙。由于CT



(a) Slice 1



(b) Slice 250



(c) Slice 550

图4 不同层位置的CT图像(z 轴方向)Fig. 4 CT images in different cross sections along z axis

图像表征了密度分布,从CT图像上分析得到基体部分和热障涂层部分的灰度差异较小,说明基体材料和热障涂层的线衰减系数(取决于材料的密度、原子序数和射线能量)差异较小,但数值对比得出热障涂层的线衰减系数比基体的线衰减系数略大。

针对热障涂层样品三维重建结果(沿 z 轴方向共551层CT图像),采用VGstudio MAX可视化软件建立热障涂层三维重构模型,如图5所示。从图5可以看出热障涂层表面不平整,由于热障涂层和基体之间的线衰减系数差异较小,且重建

结果受射束硬化、重建噪声的影响,难以直接对热障涂层内部进行可视化。

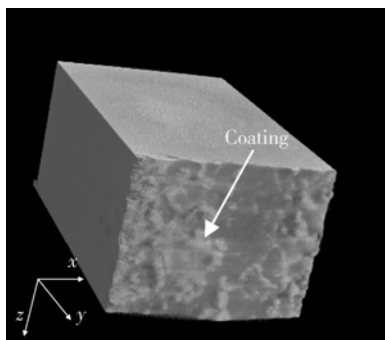


图5 热障涂层三维重构模型

Fig.5 3-D reconstruction model of TBC

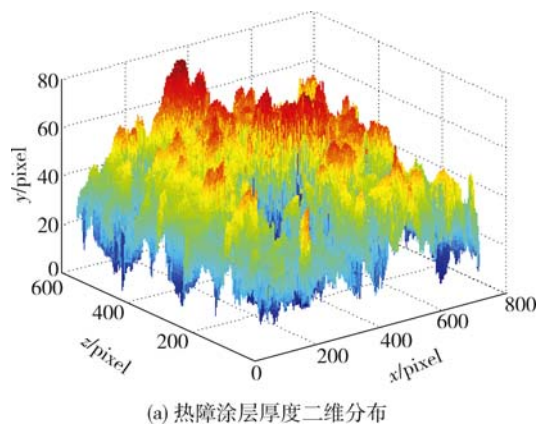
2.3.1 热障涂层厚度分析

由于该样品的热障涂层厚度较小,虽然热障涂层与基体的线衰减系数差异较小,CT图像上热障涂层与基体之间未存在明显的分界线,但近似分析热障涂层厚度是可能的。通过 y 轴方向切片分析推断热障涂层起始位置平均为 1102 层,而 1180 层以后无热障涂层,因此,对 y 轴方向 1102~1180 层 CT 图像进行热障涂层厚度分析。

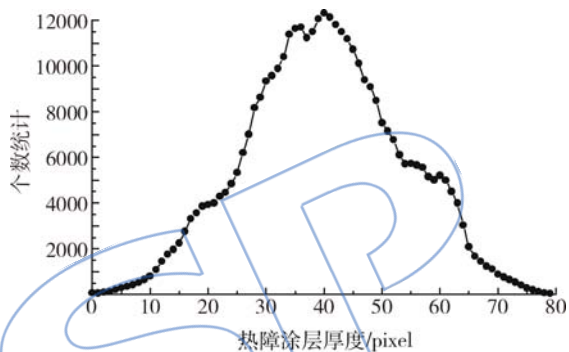
分析热障涂层厚度时,为了避免背景区的影响,由于 x 轴方向数据限定在 190~900(截断,减小边缘不平整的影响)。通过图像自适应阈值处理(自适应阈值取 35,灰度值大于 35 为热障涂层,数据为 255,灰度值小于 35 为非热障涂层,数据为 0)得到近似热障涂层分布曲面,计算曲面不同位置处沿 y 轴方向的厚度(单位为像素),得到热障涂层厚度二维分布如图 6(a)所示,其中 x 轴方向数据宽度为 711, z 轴方向数据宽度为 551,热障涂层数据为 391761 个。为了更清楚地显示热障涂层厚度数据分布范围,将厚度二维分布数据转化为一维图形显示,结果如图 6(b)所示。容易统计得到厚度最大值为 79,最小为 0(共 69 个,不应是通孔,很可能为边缘加工不齐图像裁剪所致),平均厚度为 40.11(单位:像素,对应图 6(b)中大部分数据位于 40 附近)。 y 轴方向数据起点为 58 层, y 轴方向平均厚度为 $1102 + 40 - 58 + 1 = 1085$ 像素,而 y 轴方向实际对应长度为 1.1 mm,因此,每个像素对应长度约为 $1\mu\text{m}$ 。根据图 6 分析,热障涂层平均厚度约为 $40\mu\text{m}$ 。

2.3.2 热障涂层致密性分析

为了对热障涂层部分的致密性进行分析,对



(a) 热障涂层厚度二维分布



(b) 热障涂层厚度数据一维分布

图6 热障涂层厚度分析

Fig.6 Thickness analysis of TBC

图4中所有重建图像沿 y 轴方向进行热障涂层分析。图7为沿 y 轴方向不同位置的热障涂层 CT 图像(图像大小为 1200×551)。从图7中可以看出,当 y 轴切片层数为 1102 层时已开始出现热障涂层,从热障涂层上可以发现多个孔隙。另外,从图像灰度特点推断该层位置可能处于基体和热障涂层的重叠区域,基体和热障涂层呈交错显示。通过 VGstudio MAX 可视化软件自带测量功能进行孔隙长径测量,对图7(a)中孔隙1经测量长径方向约为 $24.8\mu\text{m}$,孔隙2长径方向约为 $20.14\mu\text{m}$ 。当 y 轴切片层数为 1108 层时,热障涂层成分明显增多,孔隙数量、尺寸都明显增大。对图7(b)中孔隙3经测量长径方向约为 $27.79\mu\text{m}$,孔隙4长径方向约为 $28.38\mu\text{m}$,孔隙5长径方向约为 $48.07\mu\text{m}$ 。当 y 轴切片层数为 1120 层时,已不存在基体材料,该层周围区域存在大量微小孔隙,而中间区域附近存在较大黑色区域,可能是由于热障涂层表面存在凹坑所致。当 y 轴切片层数为 1148 层时,亮的部分为热障涂层,可以看出热障涂层厚度很不均匀。从 y 轴方向不同位置的热障涂层切片图像分析得到,该样品的热障涂层存在

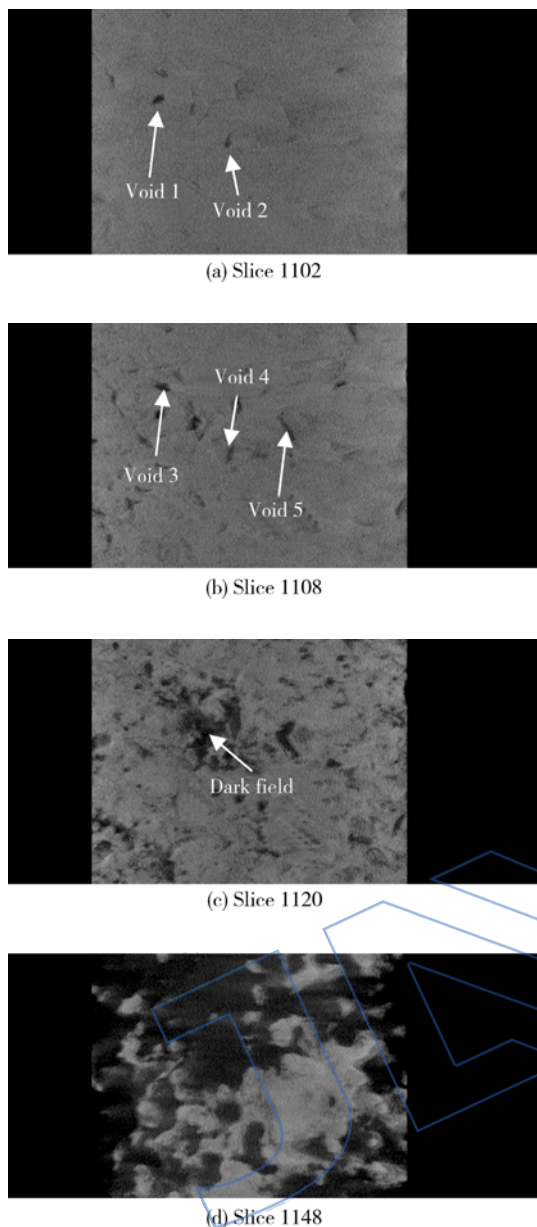
图 7 沿 y 轴方向不同位置的热障涂层 CT 图像

Fig. 7 CT images of TBC in different cross sections along y axis

大量孔隙,致密性较低.

2.3.3 热障涂层内部孔隙三维可视化

虽然热障涂层难以直接可视化,由于热障涂层内部含有大量孔隙,有可能对热障涂层内部的孔隙进行可视化.考虑到热障涂层表面很不均匀及全部数据量太大,沿 y 轴方向只截取 282 层 CT 图像,范围为 850~1131 层(850 层以前不含热障涂层成分,1132 层以后表面凹坑太多影响孔隙提取),其中热障涂层约为 1102~1131 层.采用 VGstudio MAX 可视化软件,利用内部缺陷分割方法分割出热障涂层内部的孔隙部分,见图 8 (a)中绿色部分,由于热障涂层表面不均匀,图 8

(a)中孔隙 1 经分析后判定为表面凹坑.为此,经过分割提取表面凹坑部分后得到的孔隙可视化结果见图 8(b),其中红色立体方框表示图像范围.通过可视化得到了热障涂层内部孔隙的三维分布.

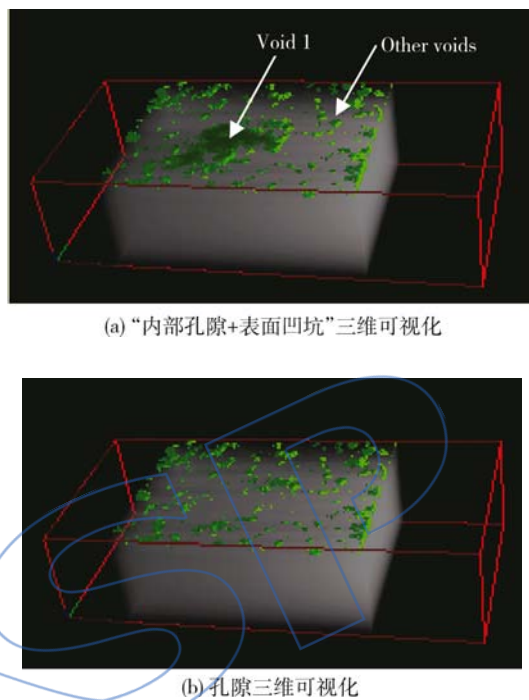


图 8 热障涂层内部孔隙可视化

Fig. 8 Visualization of voids in TBC

3 结 论

1) 采用微焦点 X 射线源对热障涂层样品进行了二维高分辨率成像研究,得到了热障涂层 X 射线图像,并对热障涂层 X 射线图像进行了多尺度对比度增强,基体与热障涂层反差明显,分析发现热障涂层表面厚度分布差异较大,热障涂层内部可能存在大量孔隙.

2) 对热障涂层样品进行了微焦点 CT 三维重建,得到了不同层位置的热障涂层切片图像,可以观察到热障涂层.分析得到热障涂层内部含有大量孔隙,通过 z 轴方向切片图像也可以分析热障涂层之间是否存在“分层”缺陷.

3) 结合多个坐标方向的 CT 图像对 y 轴方向的热障涂层厚度进行了分析,得到热障涂层厚度二维分布,测量得到热障涂层平均厚度约为 40 μm ,与 SEM 分析结果基本一致.

4) 对 y 方轴向 850~1131 层 CT 图像采用 VGstudio MAX 软件进行了热障涂层内部孔隙三维可视化,得到了孔隙三维分布.

分析结果表明:微焦点CT可用于热障涂层质量无损分析。

参考文献:

- [1] 文生琼,何爱杰,王皓.热障涂层在航空发动机涡轮叶片上的应用[J].燃气涡轮试验与研究,2009,22(1):59-62.
WEN Shengqiong, HE Aijie, WANG Hao. Development of TBCs on turbine blade of aero-engine[J]. Gas Turbine Experiment and Research, 2009, 22(1): 59-62. (in Chinese)
- [2] 范瑞芬.高温部件热障涂层的质量检测[J].理化检验:物理分册,2006,42(11):561-564.
FAN Ruifen. Quality inspection on thermal barrier coatings of high temperature parts[J]. Physical Testing and Chemical Analysis: Part A Physical Testing, 2006, 42(11): 561-564. (in Chinese)
- [3] 赵扬.热障涂层的超声表征原理与实验研究[D].大连:大连理工大学,2008.
ZHAO Yang. Principle and experimental investigation of ultrasonic characterization for thermal barrier coating[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2008. (in Chinese)
- [4] 赵扬.超声体波声压反射系数谱表征表面涂层研究[D].大连:大连理工大学,2010.
ZHAO Yang. Ultrasonic characterization for surface coatings using pressure reflection coefficient spectrum of bulk wave[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2010. (in Chinese)
- [5] Bescond C, Kruger S E, Lévesque D, et al. In-situ simultaneous measurement of thickness, elastic moduli and density of thermal sprayed WC-Co coatings by laser-ultrasonics[J]. Journal of Thermal Spray Technology, 2007, 16(2): 238-244.
- [6] Sun J G. Development of nondestructive evaluation method for thermal barrier coatings[EB/OL]. [2012-5-23]. Http://www.netl.doe.gov/publications/proceedings/08/fem/manuscripts/Sun.pdf.
- [7] 周俊华,徐可北,葛子亮.热障涂层厚度涡流检测技术研究[J].航空材料学报,2006,26(3):353-354.
- ZHOU Junhua, XU Kebei, GE Ziliang. Study on thickness of thermal barrier coatings with eddy-current testing technology[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2006, 26(3): 353-354. (in Chinese)
- [8] Spanne P, Jones K W, Herman H, et al. Structure determination of thermal-spray materials using synchrotron X-ray microtomography[EB/OL]. [2012-5-23]. Http://www.osti.gov/bridge/servlets/purl/6825861-Bkq5e7/6825861.pdf.
- [9] Spanne P, Jones K W, Herman H. Measurement of imperfections in thermal spray coatings using synchrotron-computed microtomography[J]. Journal of Thermal Spray Technology, 1993, 2(2): 121-124.
- [10] Ramesh S, Anand A K. Methodologies for non-destructive quantification of thermal barrier coating temperatures on service run parts; United States, 7298818[P]. 2007-04-05.
- [11] Sun J G. Development of nondestructive evaluation methods for ceramic coatings and membranes[EB/OL]. [2012-5-23]. http://www.netl.doe.gov/publications/proceedings/09/fem/manuscripts/Sun_Manuscript.pdf.
- [12] Maurel V, Helfen L, N'Guyen F, et al. Three-dimensional investigation of thermal barrier coatings by synchrotron-radiation computed laminography[J]. Scripta Materialia, 2012, 66(7): 471-474.
- [13] 冯炎建,冯祖德,李思维,等.C/SiC表面SiC涂层氧化的显微CT无损检测与分析[J].复合材料学报,2011,28(5): 126-132.
FENG Yanjian, FENG Zude, LI Siwei, et al. Nondestructive testing and analysis of SiC coating on surface of C/SiC composites after oxidation with micro CT[J]. Acta Materialiae Compositae Sinica, 2011, 28(5): 126-132. (in Chinese)
- [14] Stuart R S. Microcomputed tomography methodology and applications[M]. Boca Raton, US: CRC Press, 2009.
- [15] Vuylsteke P P, Schoeters E P. Method and apparatus for contrast enhancement; United States, 5805721[P]. 1998-09-18.